

**Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации**

**Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками**

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ,
КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

**Сборник № 21
Часть 1-ая**

**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:

Новикова К.Ф. — начальник сектора НИХСЗР; Калинин В.А. — к.с.н., профессор, зав. кафедрой ТСХА; Гиренко Д.Б. — к.х.н., зав. аналитической лабораторией УКР ВНИИГИНТОКС; Борисов Г.С. — зав. КТЛ РРСТАЗР; Устинова Т.Н. — ведущий специалист КТЛ РРСТАЗР.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Ответственный за выпуск — Орехов Д.А., заместитель председателя
Госхимкомиссии —
тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией
защиты растений "Главхимзащиты" МСХ РФ
г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел. (246) 3-09-52

ОГЛАВЛЕНИЕ

Хлорорганические пестициды

стр.

1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографией.
29 июля 1991г. № 6129-91.....9..
2. Временные методические указания по определению модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии.
29 июля 1991г. № 6109-91.....18..

Фосфорорганические пестициды

3. Методические указания по определению бициклада в растительном материале хроматографией в тонком слое.
29 июля 1991г. № 6113-91.....26...
4. Временные методические указания по определению офтанола-Т (по изо-фенфосу) в воде, почве, зерне и семенах сахарной свеклы.
29 июля 1991г. № 6105-91.....31...
5. Временные методические указания по определению метаболитов ФОП, производных тио- и дитиофосфорных кислот в биоматериале методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии.
29 июля 1991г. № 6072-91.....36....
6. Методические указания по определению метаболитов фосамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографией.
29 июля 1991г. № 6133-91.....48....
7. Методические указания по определению этримфоса в зерновых культурах методом газожидкостной хроматографии.
29 июля 1991г. № 6129-91.....57....
8. Методические указания по газохроматографическому определению остаточных количеств этамона в столовой и сахарной свекле, зеленой массе

растений и почве.

29 июля 1991г, № 6094-91.....62.....

9. Методические указания по определению эфала (этилфосфата алюминия и фосфористой кислоты) в растительных культурах, продуктах их переработки, воде, почве методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6132-91.....70....

Пиретроиды

10. Временные методические указания по определению изатрина в растительном материале методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6070-91,.....85.....

11. Временные методические указания по определению пиретроидов (перметрина, циперметрина, фенвалерата и декаметрина) в молоке и мясе методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6093-91.....91....

12. Временные методические указания по определению сумм-*o* в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6101-91.....103....

Гетероциклические соединения

13. Временные методические указания по определению остаточных количеств азовита в зерне злаковых, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 5371-91.....110.....

14. Методические указания по определению байфидана в зерновых и лекарственных культурах, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6131-91.....123....

15. Методические указания по определению бутизана С в воде и почве ме-

тодом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6139-91.....131....

16. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина и его метаболита, 2,6-лутидина в воде, овощах (картофель, огурцы, томаты).

29 июля 1991г, N 6079-91.....136.....

17. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина в биологическом материале.

29 июля 1991г, N 6078-91.....143.....

18. Временные методические указания по определению остаточных количеств ивина и его комплексов в воде методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6077-91.....149.....

19. Временные методические указания по определению кентавра в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6100-91.....155....

20. Временные методические указания по определению лантаграна в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6111-91.....162.....

21. Временные методические указания по определению рейсера в эфирных маслах лаванды и мяты методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991 г, N 6074-91.....168.....

22. Методические указания по определению топаза в сельскохозяйственных культурах газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

8 июня 1989г, N 5009-89.....174....

23. Временные методические указания по определению харвалли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

24. Временные методические указания по определению експромта в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6107-91.....191...

25. Методические указания по определению аллицина в почве, зерне зерновых культур методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6273-91.....199...

Нитрофенолы и их производные

26. Методические указания по определению акрекса и диносеба в крови и моче тонкослойной хроматографией.

4 октября 1988г, N 4707-88.....210...

27. Методические указания по определению трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6125-91.....215..

Производные мочевины и карбаминовой кислоты

28. Временные методические указания по определению остаточных количеств диметилена в яблоках тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6075-91.....222..

29. Временные методические указания по определению остаточных количеств картолина-2 в зерне ячменя, пшеницы и других злаков, гречихи, бобах сои, сухих кормовых травах, почве и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г. N 6097-91.....228.

30. Методические указания по определению картолина-2 в биосубстратах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6115-91.....240.

Алканкарбоновые кислоты и их производные

31. Методические указания по ускоренному определению 2,4-Д и ТХА в биоматериале (органы и ткани мелких наземных и почвенных животных) методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6128-91.....247..

32. Методические указания по определению 2,4-Д в воде методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6127-91.....253..

Прочие пестициды

33. Временные методические указания по определению набу в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6110-91.....260..

34. Временные методические указания по определению остаточных количеств нафталевого ангидрида в зерне кукурузы, льна и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991 г, N 6096-91.....265...

Методические указания по измерению концентраций пестицидов и полупродуктов их получения в воздухе рабочей зоны

1. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бутизана в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6138-91.....272....

2. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций виджила в воздухе рабочей зоны.

26 февраля 1991г, N 5325-91.....276....

3. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций глина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6134-91.....281.....

4. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций грамекса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г. N 6082-91.....285.....

5. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций гранстара в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6090-91.....289.....

6. Методические указания по измерению концентраций оксиме дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....
7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций диоксана и адипата в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6154-91.....300.....
8. Методические указания по измерению концентраций C_7 - C_9 - эфиров 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 - ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.
29 июля 1991г, N 6119-91.....308.....
9. Временные методические указания по измерению концентраций дуала в воздухе рабочей зоны методом фотометрии, тонкослойной и газожидкостной хроматографии.
29 июля 1991 г, N 6086-91.....314.....
- 10 Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций кентавра в воздухе рабочей зоны
29 июля 1991 г, N 6085-91.....323.....
11. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций люндакса в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6104-91.....329.....
12. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-о-ксилола в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6116-91.....334.....
13. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6269-91.....339.....
14. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтанола-Г (по изофенфосу) в воздухе рабочей зоны
29 июля 1991г, N 6087-91.....344.....

15. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-родан-2-нитроанилина в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6118-91.....349.....
16. Временные методические указания по измерению кооцентраций тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии
29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....
17. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотриала в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6089-91.....358.....
18. Временные методические указания по измерению концентраций фолликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии
29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....
19. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций физилада в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....
20. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харелли в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, № 6071-91.373.....
21. Временные методические указания по измерению концентраций экспромта в воздухе методом газожидкостной хроматографии
29 июля 1991г, № 6081-91.....378.....
22. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций эллипса в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, № 6083-91.....383.....
23. Методические указания по измерению концентраций эфала в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.
29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

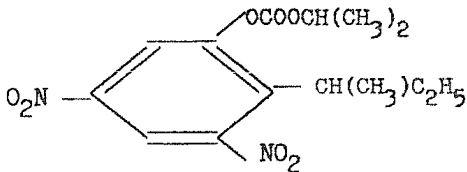
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

УТВЕРЖДЕНО
Министерством здравоохранения СССР
" 4 " октября 1988 г.
№ 4707-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ АКРЕКСА И
ДИНОСЕБА В КРОВИ И МОЧЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1. Краткая характеристика препаратов

Акрекс (динобутон, талан, МС-1053, изофен)-2,4-динитро-6-втор-
бутил-фенил-изопропилкарбонат



$C_{14}H_{18}O_7N_2$

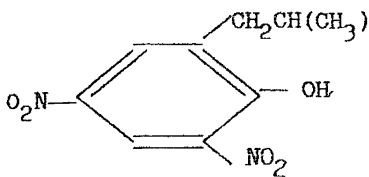
Мол. масса 326,31

В чистом виде - кристаллическое вещество светло-желтого цвета, Тпл. 61-62⁰С. Препарат плохо растворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Устойчив к кислотам, под действием щелочей гидролизуетя с образованием диносеба.

Выпускается в виде 50%-ного смачивающегося порошка.

Применяется как контактный акарицид и фунгицид на citrusовых культурах, огурцах и хлопчатнике.

Диносеб (гебутокс)- 2,4-динитро-6-втор-бутилфенол



$C_{10}H_{12}N_2O_5$

Мол. масса

240,2

Разработчики: Шмигале А.М., М.А.Клисенко, Н.И.Рева, Н.В.Суперсон.,
ВНИИГИНТОКС г.Киев.

В чистом виде - желтое кристаллическое вещество, Т.пл. 38-42°C.
Растворим в воде при 20°C 50 мг/л, в этаноле 480 г/л, хорошо растворим и в других органических растворителях.

ЛД₅₀ для крыс 40-50 мг/кг.

2. Методика определения

2.1. Принцип метода

Метод основан на подкислении анализируемой пробы минеральной кислотой, извлечении пестицидов диэтиловым эфиром и последующем определении тонкослойной хроматографией на пластинках "силуфол".

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения в пробе	-2,0 мкг
Размах варьирования	-72-85 %
Стандартное отклонение	- ± 8,0%
Относительное стандартное отклонение	- ± 10,0%

2.1.3. Избирательность метода

Определению акрекса может мешать каратан, имеющий близкое значение R₁, однако совместно эти пестициды не применяются.

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6262-79.

Гексан, х.ч., ТУ 69-09-3375-78.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-79.

Этиловый спирт, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Хлористоводородная кислота, ч., ГОСТ 3118-77; разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Муравьиная кислота, ч., ГОСТ 5848-73.

Сульфат натрия безводный, х.ч., ГОСТ 4266-77.

Гидроксид калия, чда, ГОСТ 9285-87.

Дистиллированная вода ,ГОСТ 7602-72.

Пластини "силуфол", 15*15 см (ЧССР).

Универсальная индикаторная бумага.

Вата гидрокопическая.

Стандартные растворы акрекса и динособа в ацетоне с концентрацией 100мкг/мл. Растворы стабильны в течение 3-4 месяцев при хранении в холодильнике .

Проявляющий реактив: В мерную колбу на 100мл помещают 5г гидроокиси калия, растворяют в этиловом спирте и доводят до метки этиловым спиртом.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 23-11-917-76 или аналогичный прибор.

Водяная баня, ТУ 46-22-603-75.

Вакуумный водоструйный стеклянный насос, ГОСТ 25336-82.

Сушильный шкаф, ТУ 64-11-1411-76Е.

Делительные воронки, ГОСТ 25336-82, на 250 мл.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Микропипетки, ГОСТ 20292-74, на 0,1; 0,2 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, на 1; 5 мл.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, на 100 мл.

Колбы круглодонные, ГОСТ 25336-82, на 100 мл

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, на 50; 100 мл.

Воронки химические диаметр 6 см, ГОСТ 25336-82.

Ступка фарфоровая с пестиком, ГОСТ 9147-80.

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный.

Палочки стеклянные.

2.4. Подготовка к определению

Хроматографическую камеру за 20-30 мин до начала хроматографирования заполняют смесью растворителей гексан-диэтиловый эфир-муравьиная кислота (90:10:2) или гексан-бензол (2:3).

2.5. Проведение определения

Моча. 10 мл мочи помещают в делительную воронку на 250 мл, разбавляют до 50 мл дистиллированной водой, затем подкисляют до pH 1-2 разбавленной (1:1) хлористоводородной кислотой и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром (20, 20 и 20 мл). В случае образования эмульсии к каждой порции экстракта прибавляют 5-7 мл этилового спирта.

Объединенный эфирный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия (около 7 г) в круглодонную колбу и отгоняют эфир с помощью ротационного испарителя до объема около 2-3 мл. Остаток растворителя удаляют в токе воздуха до объема 0,2-0,3 мл.

Кровь. 2 мл крови помещают в фарфоровую ступку, прибавляют 0,5 мл разбавленной (1:1) хлористоводородной кислоты и растирают с 30-35 г безводного сульфата натрия до сыпучей массы (сульфат натрия прибавляют постепенно по 8-10 г).

Полученную массу помещают в коническую колбу на 100 мл, заливают 35-40 мл диэтилового эфира и экстрагируют пестициды в статических условиях, периодически перемешивая содержимое колбы, в течение 15-20 мин. Экстракт пропускают через безводный сульфат натрия в круглодонную колбу для отгонки растворителя. Экстракцию повторяют дважды свежими порциями эфира. Растворитель отгоняют с помощью ротационного испарителя до объема 2-3 мл. Остаток растворителя удаляют в токе воздуха до объема 0,2-0,3 мл.

Концентрат в колбе количественно с помощью микрошпетки переносят на пластинку. Параллельно на пластинку наносят серию стандартов с содержанием 2;5;10 мкг пестицидов в пятне (равные количества акрекса и диносеба наносят в одну точку). Пластинку в течение 30 мин выдерживают на

воздухе и помещают в хроматографическую камеру с одной из указанных выше систем растворителей. После подъема фронта растворителя от стартовой линии на высоте 10 см хроматографирование прекращают. Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу для удаления растворителя, опрыскивают проявляющим реактивом и помещают на 5-7 мин в сушильный шкаф с температурой 100-105°C. При наличии пестицидов на хроматограмме проявляются окрашенные в ярко-желтый цвет пятна. Величины R_f приведены в таблице

Таблица
Величины R_f акрекса и диносеба

Пестицид	Подвижный растворитель	
	1	1
	1 гексан-бензол (2:3)	1 Гексан-эфир-муравьиная кислота (90:10:2)
Акрекс	0,25	0,29
Диносеб	0,53	0,51

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят сравнением площади и интенсивности окраски пятен пробы и стандартов.

Содержание пестицидов в анализируемой пробе X (мг/мл) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

A - количество пестицида, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

P - объем анализируемой пробы, мл.

3. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с токсичными веществами, органическими растворителями, электронагревательными приборами.